CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 1 1 AVR. 2001

Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE

SIEGE 26 bis, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS cedex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30 http://www.inpi.fr





N° 11354*01

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

	Réservé à l'INPI	Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DB 540 W /26089		
REMISE OES PACIS R	L 2000	1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE		
DATE 75 INPI PA	ARIS	À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE		
LIEU		Monsieur Francis ORTEGA		
N° D'ENREGISTREMENT	0004427	DIRECTION PROPRIETE INDUSTRIELLE		
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'	_	USINOR Immeuble "La Pacific"		
date de dépôt attribuée Par l'inpi	0 7 AVR.	2000 TSA 10001 92070 LA DEFENSE CEDEX		
Vos références po (facultatif)	our ce dossier	SOL 99/046		
Confirmation d'un	n dépôt par télécopie	□ N° attribué par l'INPI à la télécopie		
2 NATURE DE L	A DEMANDE	Cochez l'une des 4 cases suivantes		
Demande de b	revet	X		
Demande de co	ertifica* '' :tilité			
Demande divis	ionnaire			
Domana am	Demande de brevet initiale	N° Date / /		
		N° Date / /		
	nde de certificat d'utilité initiale	IV		
	d'une demande de	N° Date / /		
brevet européen Demande de brevet initiale 3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou		TV .		
		Down our agreemination		
4 DÉCLARATIO	N DE PRIORITÉ	Pays ou organisation Date / / N°		
OU REQUÊTE	DU BÉNÉFICE DE	Pays ou organisation		
LA DATE DE	DÉPÔT D'UNE	Date / /		
DEMANDE A	NTÉRIEURE FRANÇAISE	Pays ou organisation		
5	-	Date / N°		
		S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
5 DEMANDEU	R	S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
Nom ou dénor	mination sociale	USINOR		
Prénoms				
Forme juridiqu	ue	Société Anonyme		
N° SIREN				
Code APE-NAF				
Adresse	Rue	Immeuble "La Pacific" - La Défense 7 - 11/13 Cours Valm		
Code postal et ville		92800 PUTEAUX		
Pays		FRANCE		
Nationalité		française		
N° de téléphone (facultatif)		014125 5954		
N° de télécopie (facultatif)		01 41 25 07 04		
Adresse électronique (facultatif)		1		



BREVETD'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

0004427

REMISE DES PACES R DATE 75 INPI P					
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L	0004427			DB 540 W /260899	
Vos références pour ce dossier : (facultatif)		SOL 99/046			
® MANDATAIRE					
Nom		ORTEGA			
Prénom		Francis			
Cabinet ou Société		DIR PI - USINOR			
N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		06/01/2000.			
Adresse	Rue	Immeuble "La Pacific" - TSA 10001			
	Code postal et ville	92070 LA DEFENSE CEDEX			
N° de télépho		01 41 25 59			
N° de télécop		01 41 25 87	01 41 25 87 54		
Adresse électr	onique (facultatif)				
[] INVENTEUR	(S)				
Les inventeurs sont les demandeurs		Oui Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée			
8 RAPPORT DE	RECHERCHE	Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)			
Établissement immédiat ou établissement différé					
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques ☐ Oui ☑ Non			
RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques ☐ Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) ☐ Requise antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la decision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence):			
	utilisé l'imprimé «Suite», combre de pages jointes				
Ø¥ DU MAN	ilité du signataire))		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux rédonses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54 DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° .1 . / .1 .

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W /260899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		SOL 99/046		
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0004427		
PROCEDE MISE EN	ENTION (200 caractères ou esp DE REALISATION D'UI FORME PAR EMBOUTIS: MMENT LAMINEE A CHAI	NE PIECE A TRES HAUTES CARACTERISTIQUES MECANIQUES, SAGE, A PARTIR D'UNE BANDE DE TOLE D'ACIER LAMINEE		
LE(S) DEMAND	EUR(S) :			
USINOR				
IMmeubl	e "La Pacific"			
La Défe				
	ours Valmy UTEAUX (FRANCE)			
92000 F	OTEMON (LIMMON)			
		C) (1 1 but i ducite "Dogo NO 1/1" C/il u a ulua da tuais inventaria		
DESIGNE(NT) utilisez un forr	EN TANT QU'INVENTEUR(nulaire identique et numéro	S): (Indiquez en haut à droite «Page N° $1/1$ » S'il y a plus de trois inventeurs, otez chaque page en indiquant le nombre total de pages).		
Nom		KEFFERSTEIN		
Prénoms		Ronald		
Adresse	Rue	13 Le clos de Provence		
	Code postal et ville	13730 SAINT VICYORET (FRANCE)		
Société d'appart	enance (facultatif)			
Nom		JARTOUX		
Prénoms		Xavier		
Adresse	Rue	Appartement 322 - Bât. L - La Saladelle -		
	Code postal et ville	13270 FOS_SUR_MER_(FRANCE)		
Société d'appart	enance (facultatif)			
Nom				
Prénoms				
Adresse	Rue			
	Code postal et ville			
Société d'appartenance (facultatif)				
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) O6 avril 2000 Francis ORTEGA				

Procédé de réalisation d'une pièce à très hautes caractéristiques mécaniques, mise en forme par emboutissage, à partir d'une bande de tôle d'acier laminée et notamment laminée à chaud et revêtue.

L'invention concerne un procédé de réalisation d'une pièce à très hautes caractéristiques mécaniques, mise en forme par emboutissage, à partir d'une bande de tôle d'acier laminée et notamment laminée à chaud et revêtue d'un métal ou d'un alliage métallique assurant une protection de la surface et de l'acier.

Les tôles en acier devant subir un formage à haute température et ou un traitement thermique ne sont pas livrées revêtues pour des considérations de tenue du revêtement lors du traitement thermique, le traitement thermique des aciers se faisant généralement à des températures relativement élevées bien supérieures à 700°C. En effet, un revêtement de zinc déposé sur une surface métallique a été considéré jusqu'à présent comme pouvant fondre, s'écouler, encrasser les outils de formage à chaud, lors de chauffage, à des températures supérieures à la température de fusion du zinc, et se dégrader lors d'un refroidissement rapide.

Le revêtement est donc effectué sur pièce finie ce qui nécessite un nettoyage soigné des surfaces et des parties creuses. Ce nettoyage requiert l'utilisation d'acides et ou de bases dont le recyclage et le stockage sont une charge financière importante et présentent des risques pour les opérateurs et pour l'environnement. De plus, le traitement thermique doit être effectué sous atmosphère contrôlée afin d'éviter toute décarburation et oxydation de l'acier. Ensuite, dans le cas du formage à chaud, la calamine, de par son pouvoir abrasif, endommage les outils de mise en forme, ce qui diminue la qualité des pièces obtenues du point de vue dimensionnel et esthétique ou oblige à de fréquentes et coûteuses réparations d'outils. Enfin, pour augmenter leur résistance à la corrosion, les pièces ainsi obtenues doivent recevoir un post traitement coûteux dont l'application est difficile, voire impossible, en particulier dans le cas de pièces comportant des creux. Les post-revêtements des aciers à très hautes caractéristiques mécaniques ont également comme inconvénient de créer des risques de fragilisation par l'hydrogène dans les techniques d'électro-zingage ou de modifier les propriétés mécaniques de ces aciers dans des techniques de galvanisation au trempé des pièces préalablement formées.

Le but de l'invention est de proposer aux utilisateurs, des tôles d'acier laminées de 0,2 mm à environ 4 mm d'épaisseur, revêtues notamment après laminage à chaud, et devant subir une mise en forme, soit à chaud, soit à froid suivie d'un traitement

5

10

15

20

25

30

thermique, ainsi qu'un procédé de réalisation de pièce par formage à chaud, à partir de ces tôles d'acier revêtues, l'élévation de température étant assurée sans décarburation de l'acier de la tôle, sans oxydation de la surface de ladite tôle, avant, pendant et après la mise en forme à chaud et ou le traitement thermique.

L'invention a pour objet un procédé de réalisation d'une pièce à très hautes caractéristiques mécaniques, mise en forme par emboutissage, à partir d'une bande de tôle d'acier laminée, notamment laminée à chaud et revêtue d'un métal ou d'un alliage métallique assurant une protection de la surface et de l'acier, caractérisée en ce que :

- on découpe la tôle pour l'obtention d'un flan de tôle,

5

10

15

20

25

30

- on effectue un emboutissage, à partir du flan de tôle pour obtenir la pièce,
- on réalise, avant ou après emboutissage, un composé allié intermétallique, en surface, assurant une protection contre la corrosion, contre la décarburation de l'acier, le composé intermétallique pouvant assurer une fonction de lubrification,
- on retire par découpage, les excédents de tôle nécessaires à l'opération d'emboutissage.

Dans une forme préférentielle de l'invention,

- on découpe la tôle pour l'obtention d'un flan de tôle,
- on soumet le flan de tôle revêtue à une élévation en température dans le but de former une pièce à chaud,
- on réalise, de ce fait un composé allié intermétallique, en surface, assurant une protection contre la corrosion, contre la décarburation de l'acier, le composé intermétallique pouvant assurer une fonction de lubrification,
 - on effectue la mise en forme du flan de tôle, par emboutissage,
 - on refroidit la pièce formée pour conférer des caractéristiques mécaniques de dureté élevées de l'acier et une dureté superficielle élevée du revêtement,
 - on retire par découpage, les excédents de tôle nécessaires à l'opération d'emboutissage.

Les autres caractéristiques de l'invention sont :

- le métal ou l'alliage métallique du revêtement est du zinc ou un alliage à base de zinc d'une épaisseur comprise entre 5 μm et 30 μm.
- l'alliage intermétallique est un composé à base de zinc-fer ou à base de zinc-feraluminium.
- la tôle revêtue est soumise à une élévation de température supérieure à 700°C avant la mise en forme et ou le traitement thermique.

- la pièce obtenue notamment par emboutissage est refroidie pour subir une trempe, à une vitesse supérieure à la vitesse critique de trempe.

L'invention concerne aussi l'utilisation d'une bande de tôle d'acier laminée et notamment laminée à chaud et revêtue d'un métal ou d'un alliage métallique assurant une protection de la surface et de l'acier de la tôle dans la mise en forme par emboutissage notamment à chaud de pièces, les pièces ayant de hautes caractéristiques mécaniques en dureté et de hautes caractéristiques de dureté en surface ainsi qu'une très bonne tenue à l'abrasion.

La description qui suit et les figures annexées feront bien comprendre l'invention.

La figure 1 est un schéma de principe d'une forme de l'invention.

5

10

15

20

25

30

La figure 2 est un schéma de principe d'une autre forme de l'invention.

Les figures 3a et 3b sont des photographies, en coupe, d'une partie de pièce, présentant un revêtement zinc réalisé selon l'invention, avant et après traitement thermique.

Les figures 4a et 4b sont des photographies, en coupe, d'une partie de pièce, présentant un revêtement zinc aluminium réalisé selon l'invention, avant et après traitement thermique.

Le procédé selon l'invention comme présenté sur le schéma de la figure 1, consiste, à partir d'une tôle d'un acier pour traitement thermique et ou formage à chaud notamment laminé à chaud et revêtu de zinc ou d'un alliage à base de zinc, en la réalisation de pièce mise en forme à chaud au moyen d'outil comme une presse d'emboutissage.

Le revêtement de zinc ou d'alliage de zinc est choisi de manière à générer une protection contre la corrosion de la tôle de base, en bobine.

Contrairement aux idées reçues, lors d'un traitement thermique ou d'une élévation de température pour la miss en forme à chaud, le revêtement forme une couche qui s'allie avec l'acier de la bande et présente à ce moment une tenue mécanique évitant la fusion de métal de revêtement. Le composé formé présente une grande résistance à la corrosion, à l'abrasion, à l'usure et à la fatigue. Le revêtement ne modifie pas les propriétés de formabilité de l'acier et autorise ainsi une grande variété de mise en forme à froid et à chaud.

De plus l'utilisation du zinc ou d'un alliage de zinc génère une protection galvanique des tranches lorsque le flan de tôle ou la pièce présente des découpes.

4

Après laminage à chaud, la bande peut être décapée et laminée à froid avant d'être revêtue. Dans le cas ou la tôle est laminée à froid, celle ci peut être recuite avant d'être revêtue.

On peut revêtir la tôle laminée, par exemple, avec du zinc, ou des alliages zinc aluminium.

5

10

15

20

25

30

Comme représenté sur le schéma de la figure 2, la tôle peut être emboutie à froid pour l'obtention de la pièce. La pièce obtenue est ensuite soumise à un traitement thermique pour lui conférer des caractéristiques mécaniques élevées. Par exemple, un acier de base ayant une résistance à la rupture Rm d'environ 500 MPa permettra d'obtention de pièces traitées thermiquement ayant un acier avec une résistance Rm supérieure à 1500 MPa.

Pour la mise en forme ou pour le traitement thermique de la pièce, la tôle est soumise à une élévation de température comprise de préférence entre 700°C et 1200°C dans un four comportant une atmosphère ne nécessitant plus de contrôle, du fait de la barrière à l'oxydation formée par le revêtement. Lors de l'élévation de la température, le revêtement à base de zinc se transforme en une couche alliée en surface comportant différentes phases dépendant du traitement en température et présentant une grande dureté pouvant dépasser 600 HV 100g.

Dans le procédé de l'invention, on peut utiliser des tôles dont l'épaisseur est comprise entre 0,2 mm et 4 mm, ayant de bonnes propriétés de mise en forme ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion.

Les tôles livrées revêtues, présentent une résistance importante à la corrosion pendant les élévations de température, la mise en forme, les traitements thermiques, et lors de l'utilisation des pièces formées finies.

La présence du revêtement lors de traitements thermiques ou de formages à chaud permet d'éviter en plus de la corresion, la décarburation de l'acier de base. Cela à un avantage indéniable dans le cas d'une mise en forme à chaud par exemple dans une presse d'emboutissage. En effet, l'alliage intermétallique formé évite, la formation de la calamine, l'usure des outils par la calamine, et permet de ce fait, un allongement de la vie moyenne desdits outils. Il a été remarqué que l'alliage intermétallique formé à chaud, a une fonction de lubrifiant à haute température. De plus, l'effet de protection contre la décarburation de l'alliage intermétallique permet l'usage de four haute température dépassant 900°C ayant une atmosphère non contrôlée, et cela, même pour des temps de chauffe de plusieurs minutes.

En sortie de four, il n'est plus nécessaire de décaper la pièce obtenue, d'où une économie du fait de la suppression du bain de décapage des pièces finies.

De par les caractéristiques du revêtement après élévation de température, les pièces obtenues ont une résistance accrue à la fatigue, à l'usure, à l'abrasion et à la corrosion, y compris sur tranche du fait du comportement galvanique du zinc avec l'acier. De plus, le revêtement est soudable avant et après élévation de température.

L'acier de la tôle assure, par effet de trempe au refroidissement, des caractéristiques mécaniques élevées de la pièce obtenue après mise en forme, le revêtement transformé en un alliage intermétallique à chaud assurant pour sa part, du fait de ses qualités de lubrifiant et de résistance aux frottements, une amélioration de la mise en forme, notamment, dans le domaine de l'emboutissage à chaud.

Exemple 1 : revêtement de zinc sur acier.

Dans un exemple de réalisation, on utilise une bande de tôle laminée à chaud en acier de composition pondérale suivante :

carbone: 0,15% à 0,25%,

10

15

20

25

30

manganèse : 0,8% à 1,5%,

silicium: 0,1% à 0,35%,

chrome: 0,01% à 0,2%,

titane: moins de 0,1%,

aluminium: moins de 0,1%,

phosphore: moins de 0,05%,

soufre : moins de 0,03%,

bore: 0,0005% à 0,01%.

On réalise une pièce à partir de la tôle d'acier laminé à froid de 1mm d'épaisseur et galvanisée en continu double face, avec une épaisseur de revêtement de 10 µm environ. On austénitise la tôle à 350°C avant formage et trempe dans l'outil, le revêtement assurant un rôle de lubrifiant lors de la mise en forme, en plus de ses fonctions de protection contre la corrosion à froid, à chaud et contre la décarburation. Lors de la trempe, le revêtement allié ne gène pas l'extraction de la chaleur par l'outil et peut la favoriser. Après formage et trempe, il n'est plus nécessaire de décaper la pièce ou de la protéger, le revêtement de base assurant la protection tout au long du procédé.

Après mise en forme et de ce fait, traitement thermique, la pièce réalisée est d'un aspect gris mat sans coulure ni bulle, sans écaillage ou fissures, et ne présentant

pas de calamine sur la tranche, en coupe. Des observations au microscope électronique à balayage montrent en surface et en coupe, que le revêtement garde une structure et une texture homogènes et que l'alliation Fe-Zn se manifeste en moins de 5 minutes à 950°C.

Le revêtement comprend comme représenté de manière comparative sur les figures 3a et 3b représentant respectivement, en coupe, le revêtement avant et après traitement thermique, une interface de diffusion du Zn, d'une épaisseur comprise entre 5 et 10 µm, est une couche formée par des nodules d'alliage Zn-Fe dans une matrice de zinc, couche d'une épaisseur comprise entre 10 et 15 µm.

Des essais de corrosion en humidité et température suivant la norme DIN 50 017 montrent que le revêtement selon l'invention assure une excellente protection contre la corrosion après 30 cycles, les surfaces des pièces gardant leur aspect gris.

Le tableau 1 suivant présente la perte de masse par corrosion après 500 et 1000 heures de brouillard salin, pour un acier de référence non revêtu, pour un acier de référence galvanisé sans traitement thermique, et un acier selon deux formes de l'invention.

Tableau 1.

5

10

15

20

25

	Pertes de masse en g/m² Après 500 heures	Pertes de masse en g/m² Après 1000 heures
Acier de référence	450 g/m²	1230 g/m²
Acier galvanisé de référence	80 g/m²	140 g/m²
Acier revêtu Zn après traitement thermique	32 g/m²	82 g/m²
Acier revêtu Zn-Al après traitement thermique	22 g/m²	50 g/m²

Comme on peut le remarquer, le revêtement après traitement thermique résiste bien au brouillard salin. De plus cette surface, composée de zinc et de fer peut se phosphater dans des bains classiques de traitement de surface du type phosphatation trication. Les essais de corrosion réalisés après phosphatation et peinture cataphorèse montrent d'excellents résultats. La couche alliée zinc fer assure de plus une protection galvanique des tranches du type protection cathodique.

Exemple 2 : revêtement de zinc aluminium sur acier.

Un revêtement de 10 µm est appliqué sur une tôle de 1mm environ. Ce revêtement est composé de 50 à 55% d'aluminium et de 45 à 50% de zinc avec éventuellement une petite quantité de silicium.

L'aspect de ce revêtement en coupe, après formage à chaud est présenté sur les figures 4a et 4b.

Lors du formage à chaud, le zinc, l'aluminium, et le fer s'allient pour former un revêtement de zinc-aluminium-fer homogène et adhérent. Les tests de corrosion montrent que cette couche alliée assure une très bonne protection contre la corrosion.

5

REVENDICATIONS.

- 1. Procédé de réalisation d'une pièce à très hautes caractéristiques mécaniques, mise en forme par emboutissage, à partir d'une bande de tôle d'acier laminée, notamment laminée à chaud et revêtue d'un métal ou d'un alliage métallique assurant une protection de la surface et de l'acier, caractérisée en ce que :
- on découpe la tôle pour l'obtention d'un flan de tôle,

5

10

20

30

- on effectue un emboutissage, à partir du flan de tôle pour obtenir la pièce,
- on réalise, avant ou après emboutissage, un composé allié intermétallique, en surface, assurant une protection contre la corrosion, contre la décarburation de l'acier, le composé intermétallique pouvant assurer une fonction de lubrification,
 - on retire par découpage, les excédents de tôle nécessaires à l'opération d'emboutissage.
- 2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que :
 - on découpe la tôle pour l'obtention d'un flan de tôle,
 - on soumet le flan de tôle revêtue à une élévation en température dans le but de former une pièce à chaud,
 - on réalise, de ce fait un composé allié intermétallique, en surface, assurant une protection contre la corrosion, contre la décarburation de l'acier, le composé intermétallique pouvant assurer une fonction de lubrification,
 - on effectue la mise en forme du flan de tôle, par emboutissage,
 - on refroidit la pièce formée pour conférer des caractéristiques mécaniques de dureté élevées de l'acier et une dureté superficielle élevée du revêtement,
- 25 on retire par découpage, les excédents de tôle nécessaires à l'opération d'emboutissage.
 - 3. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le métal ou l'alliage métallique du revêtement est du zinc ou un alliage à base de zinc d'une épaisseur comprise entre 5µm et 30 µm.
 - 4. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que l'alliage intermétallique est un composé à base de zinc-fer ou de zinc-fer-aluminium.

Fig. 1

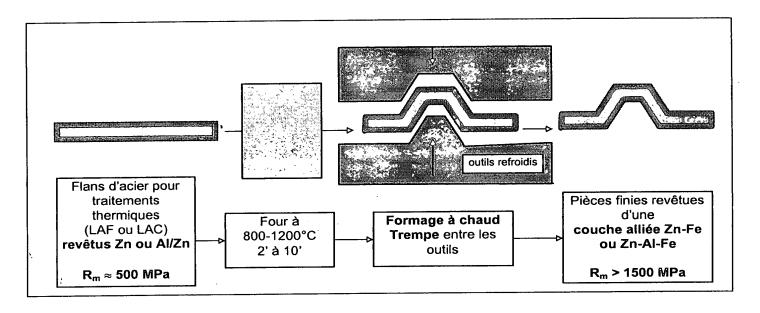
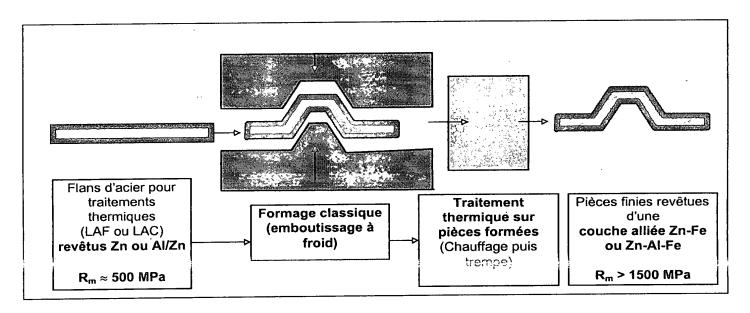


Fig. 2



- 5. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la tôle revêtue est soumise à une élévation de température supérieure à 700°C avant la mise en forme et ou le traitement thermique.
- 6. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que la pièce obtenue notamment par emboutissage est refroidie pour subir une trempe, à une vitesse supérieure à la vitesse critique de trempe.
- 7. Utilisation d'une bande de tôle d'acier laminée et notamment laminée à chaud et revêtue d'un métal ou d'un alliage métallique assurant une protection de la surface et de l'acier de la tôle dans la mise en forme par emboutissage notamment à chaud de pièces, les pièces ayant de hautes caractéristiques mécaniques en dureté et de hautes caractéristiques de dureté en surface ainsi qu'une très bonne tenue à l'abrasion.

Fig. 3a.

Fig. 3b.

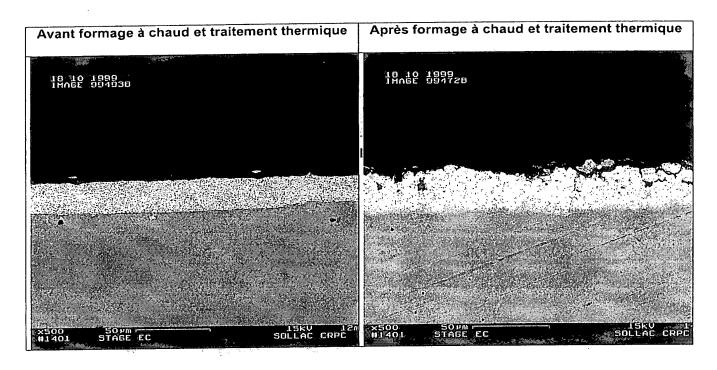


Fig. 4a.

Fig. 4b.

